

高等院校化学课实验系列教材

物质分离与富集实验

廖立敏 李建凤 黄茜 编著



WUHAN UNIVERSITY PRESS

武汉大学出版社

高等院校化学课实验系列教材

内江师范学院本科教学工程项目(JC17006)资助出版

物质分离与富集实验

廖立敏 李建凤 黄茜 编著



WUHAN UNIVERSITY PRESS

武汉大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

物质分离与富集实验/廖立敏,李建凤,黄茜编著. —武汉:武汉大学出版社,2018. 1

高等院校化学课实验系列教材

ISBN 978-7-307-19905-7

I. 物… II. ①廖… ②李… ③黄… III. ①物质—分离法—实验—高等学校—教材 ②化学分析—富集—分析方法—实验—高等学校—教材 IV. O658-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 309189 号

责任编辑:王金龙

责任校对:李孟潇

版式设计:韩闻锦

出版发行:武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)

(电子邮件: cbs22@whu.edu.cn 网址: www.wdp.com.cn)

印刷:虎彩印艺股份有限公司

开本:720×1000 1/16 印张:12.5 字数:224千字 插页:1

版次:2018年1月第1版 2018年1月第1次印刷

ISBN 978-7-307-19905-7 定价:28.00元

版权所有,不得翻印;凡购我社的图书,如有质量问题,请与当地图书销售部门联系调换。

前 言

涉及各种资源的开发利用、复杂物质的分析等领域都离不开分离。分离方法已经发展成为各种资源开发利用及分析化学中的一个重要分支。一些高校的应用化学专业、资源循环科学与工程专业等开设了物质分离与富集实验课程,主要目的是使学生进一步巩固专业基础理论和分析实验技能,能比较系统地掌握复杂物质分析中各种常用分离与富集方法的理论和实践知识,培养综合运用各种专业知识解决实际工作中一般物质制备和测试的能力。使学生从应用角度出发,从理论上掌握对复杂物质进行分离与富集的各种方法和具体操作过程,能够深入地理解各种化学和物理方法在复杂物质分离与富集中的应用,使其具有初步分离复杂物质和富集微量物质的能力。目前市面还未见有物质分离与富集实验教材,因此笔者在内江师范学院教师原有的物质分离与富集实验讲义的基础上,结合近 10 年的教学改革实践,并参阅了大量相关书籍和科研成果,编写了此教材。

本教材以资源提取分离利用、化合物分离分析为重点,以提高学生实验技能、综合应用所学知识分析及解决实际问题的能力、培养创新意识为宗旨,共选编了 38 个实验。具体由九个部分组成,第一部分为沉淀分离法,共选编了 3 个实验;第二部分为挥发与蒸馏分离法,共选编了 4 个实验,涉及蒸馏、水蒸气蒸馏、升华分离法;第三部分为萃取分离法,共选编了 8 个实验,涉及液液萃取、溶剂回流提取、超声波法提取、微波法提取、酶法提取、内部沸腾法提取、双水相提取、索氏提取;第四部分为色谱分离法,共选编了 4 个实验,涉及柱色谱、纸色谱、薄层色谱和高效液相色谱;第五部分为离子交换分离法,共选编了 3 个实验,涉及阳离子交换柱、阴离子交换柱和混合柱;第六部分为电泳分离法,共选编了 3 个实验,涉及膜电泳、凝胶电泳和毛细管电泳;第七部分为泡沫浮选分离法,共选编了 2 个实验,涉及离子浮选和溶剂浮选法;第八部分为膜分离法,共选编了 2 个实验,涉及纳滤和反渗透膜分离;第九部分为综合实验,共选编了 9 个实验,每个实验涉及两种或两种以上的分离

富集方法。

本书实验所涉及的物质分离与富集方法，对于化学相关专业的学生均较为实用，因而本书可供高等院校化学、化工类、资源循环科学与工程、制药等专业的本科或专科学生使用，也可供其他相关领域的研究人员及研究生参考。

本书的编著工作主要由内江师范学院化学化工学院的廖立敏、李建凤、黄茜三位老师完成，李建凤、黄茜完成了部分实验的编写和部分实验的审定，廖立敏编写了全书的大部分实验并审定全稿。教材的编写过程中参阅了部分现有教材、科研论文等资料，在此向有关作者表示感谢。编写过程中得到了学院相关领导的关心和支持，在此表示衷心的感谢！感谢内江师范学院本科教学工程项目(JC17006)对本书出版的资助。

本书虽然经过反复斟酌和修改，但由于编者水平和编写时间的限制，疏漏和不足之处在所难免，恳请同行和读者批评指正。

作 者

2017年11月

目 录

绪论.....	1
第一部分 沉淀分离法.....	5
实验 1 沉淀与溶液的分离	7
实验 2 粗硫酸铜的提纯	11
实验 3 中性盐沉淀法分离蛋清中的蛋白质	14
第二部分 挥发与蒸馏分离法	19
实验 4 无水乙醇的制备	21
实验 5 减压蒸馏提纯苯甲酸乙酯	24
实验 6 升华法提取茶叶咖啡因	27
实验 7 水蒸气蒸馏提取生姜挥发油	31
第三部分 萃取分离法	35
实验 8 液液萃取分离碘	37
实验 9 溶剂回流法提取茶叶中的茶多酚	40
实验 10 超声波法提取橘皮色素	42
实验 11 微波法提取柑橘类果皮渣多糖	45
实验 12 酶法提取金银花多糖	49
实验 13 内部沸腾法提取葡萄皮花色苷	55
实验 14 双水相提取柠檬籽苦素	58
实验 15 索氏提取花生粗油脂	62
第四部分 色谱分离法	67
实验 16 柱色谱法分离植物色素	69
实验 17 纸色谱法分离混合氨基酸	75

实验 18	薄层色谱法分离偶氮苯和苏丹Ⅲ	82
实验 19	高效液相色谱法分离苯、甲苯	86
第五部分	离子交换分离法	89
实验 20	离子交换柱层析分离氨基酸	91
实验 21	离子交换柱层析分离核苷酸	95
实验 22	离子交换法制备去离子水	103
第六部分	电泳分离法	109
实验 23	醋酸纤维薄膜电泳分离血清蛋白质	111
实验 24	聚丙烯酰胺凝胶电泳分离蛋白质	116
实验 25	毛细管区带电泳分离硝基苯酚异构体	119
第七部分	泡沫浮选分离法	123
实验 26	离子浮选法分离铬	125
实验 27	溶剂浮选法分离精氨酸	130
第八部分	膜分离法	135
实验 28	纳滤(NF)膜分离制备优质饮用水	137
实验 29	反渗透(RO)膜分离制备超纯水	142
第九部分	综合实验	147
实验 30	枸杞色素的提取与纯化	149
实验 31	茶叶咖啡因的提取与纯化	152
实验 32	八角茴香油的提取及 GC-MS 分析	156
实验 33	米糠多糖的提取与纯化	159
实验 34	八角莽草酸的提取与纯化	162
实验 35	番茄红素和 β -胡萝卜素提取与分离	166
实验 36	大豆磷脂酰胆碱的提取与精制	169
实验 37	大豆蛋白的制备	172
实验 38	丁香挥发油的提取与分离	174
附录	实验常用仪器简介	177
参考文献		193

绪 论

实验中所使用的试剂和溶剂，多数具有易燃性、易爆性和毒性等特性。虽然我们选择实验时尽量选用低毒的溶剂和试剂，但是大量使用时，对人体也会造成一定的伤害。因此防火、防爆、防中毒及用电安全等已成为化学实验者必备的知识。进行化学实验的人员，必须经过化学安全知识培训，才能进入实验室进行实验。

一、实验室安全知识

进入实验室开始工作前，应了解水阀门、电闸、灭火器等所在处。离开实验室时，一定要将室内检查一遍，应将水、电等的开关关好，门窗锁好。

1. 防火

实验中使用的有机溶剂多数具有易燃性，为了防止着火，实验中应注意以下几点：

(1) 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。对于沸点低于 80°C 的液体，在蒸馏时严禁用明火直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃气体的外逸，处理和使用易燃物时，应远离明火。注意室内通风，及时将其蒸气排出。

(3) 易燃、易挥发的废物，不得倒入废液缸和垃圾桶中。量大时，专门回收处理；量小时，除与水发生猛烈反应者外，可倒入水池用水冲走。

(4) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

(5) 必须牢记“点明火必须远离有机溶剂，操作易燃溶剂必须远离火源”的原则。

实验中一旦发生了火灾切不可惊慌失措，应保持镇静。首先立即切断室内一切火源和电源，然后根据具体情况积极正确地进行抢救和灭火。常用的方

法有:

(1)在可燃液体着火时,应立刻拿开着火区域内的一切可燃物质,关闭通风器,防止扩大燃烧。若着火面积较小,可用石棉布、湿布、铁片或沙土覆盖,隔绝空气使之熄灭。但覆盖时要轻,避免碰坏或打翻盛有易燃溶剂的玻璃器皿,导致更多的溶剂流出而增大火势。

(2)酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火。

(3)汽油、乙醚、甲苯等有机溶剂着火时,应用石棉布或土扑灭。绝对不能用水,否则会扩大燃烧面积。

(4)金属钠着火时,可把沙子倒在它的上面进行灭火。

(5)导线着火时不能用水和二氧化碳灭火器,应切断电源或用四氯化碳灭火器。

(6)衣服被烧着时切不要奔走,可用衣服、大衣等包裹身体或躺在地上滚动,以灭火。

(7)发生火灾时注意保护现场,较大的着火事故应立即报警。

2. 防爆

化学实验中,爆炸事故时有发生。一般以下两种情况容易引起爆炸:

(1)某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受碰撞时,均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时容易发生爆炸;乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸;在空气中混有易燃有机溶剂蒸气或易燃、易爆气体,且它们在空气中的含量达到爆炸极限时,遇明火即可发生燃烧爆炸。

(2)仪器安装不正确或操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或分馏实验装置未与大气相通,使得反应处于密闭体系中;减压蒸馏中使用不耐压的容器等。

为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点:

(1)使用易燃、易爆物品时,应严格按照操作规程操作,且应特别小心。

(2)反应过于猛烈时,应控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。

(3)常压操作时,不能在密闭容器内进行加热或反应,反应装置必须有一出口通向大气。

(4)减压蒸馏时,不能用平底烧瓶等不耐压容器作为接收器或反应瓶。

(5)无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或

产生过氧化物而发生爆炸。

3. 防中毒

大多数化学药品都具有一定的毒性，能使人中毒。有毒物品主要是通过呼吸道和皮肤接触对人体造成危害，因此预防中毒应做到：

(1)称量药品(尤其是有毒物质)时应使用工具，不得直接用手接触。

(2)使用和处理有毒物质时，应在吸毒柜中进行或加气体吸收装置，并戴好防护用具。尽可能避免蒸气外逸，以防造成污染。

(3)如果发生中毒现象，应让中毒者到通风好的地方，并立即采取解毒措施：轻者先自救，重者立即送医院救治。

化学药品中毒的应急处理方法：

(1)溅入口中而尚未咽下者应立即吐出，再用大量水冲洗口腔。如已吞下，应根据毒性物性质给以解毒剂，并立即送医院。

(2)腐蚀性毒物：若是强酸，则先饮大量的水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白；若是强碱，也应先饮大量的水，然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。无论是酸还是碱中毒，皆可灌注牛奶，不要吃呕吐剂。

(3)刺激剂及神经性毒物：先服牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解，再用一大匙硫酸镁(约 30g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐，然后立即送医院。

(4)吸入有毒气体中毒：应迅速将中毒者移至室外，解开衣领及纽扣。如吸入少量氯气或溴蒸气，可用碳酸氢钠溶液漱口。

(5)温度计打破后，水银容易由呼吸道进入人体，也可以经皮肤直接吸收而引起积累性中毒。严重中毒时口中有金属味，呼出气体也有气味；流唾液，打哈欠时疼痛，牙床及嘴唇上有硫化汞的黑色；淋巴结及唾腺肿大。若不慎中毒，应送医院急救。急性中毒时，通常用碳粉或呕吐剂彻底洗胃，或者食入蛋白(如 1 升牛奶加 3 个鸡蛋清)或蓖麻油解毒并使之呕吐。

4. 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后，均可能被灼伤。为了避免灼伤，在接触这些物质时，最好戴橡皮手套和防护眼镜。

发生灼伤时应按下述要求处理：

(1)碱灼伤：立即用大量清水冲洗，再用 1%~2% 的乙酸或硼酸溶液冲洗，最后再用水冲洗，严重时涂上烫伤膏。

(2)酸灼伤：立即用大量清水冲洗，再用 1%碳酸氢钠溶液清洗，最后涂上烫伤膏。

(3)溴灼伤：立即用大量清水冲洗，再用酒精擦洗或用 2%硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色，然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

(4)热水烫伤：一般在患处涂上红花油，然后擦烫伤膏。

(5)钠灼伤：可见的小块用镊子移去，其余与碱灼伤处理相同。

(6)以上物质一旦溅入眼睛中，应立即用大量清水冲洗，并及时送医院治疗。

5. 用电安全

使用电器时，应先将电器设备上的插头与插座连接好，再打开电源开关。人体不能与电器导电部分直接接触，不能用湿手或手握湿物接触电源插头。使用电器前，应检查线路连接是否正确，电器内外是否保持干燥，不能有水或其他溶剂。为了防止触电，装置和设备的金属外壳应连接地线。实验完成后，先关掉电源，再拔电源插头。

触电时可按下述方法之一切断电路：

(1)关闭电源。

(2)用干木棍使导线与触电者分开。

(3)使触电者和土地分离，急救时急救者必须做好防止触电的安全措施，手或脚必须绝缘。

二、着装和穿戴要求

(1)为了防止皮肤吸收毒物，防止烧伤、烫伤、冻伤，进入实验室区域工作时，必须穿好工作服。不得穿无袖衫、短裤、裙子、拖鞋、高跟鞋以及暴露脚背脚跟的鞋子。

(2)为了避免头发着火或被卷入仪器中，长辫、长发必须扎紧，置于工作服内或戴工作帽。

(3)在处理强腐蚀性物质时，要穿防护服或围裙，戴乳胶手套、防护眼镜或面罩；处理有毒气体时应戴防毒面具；在高易燃性物质场所，不可穿着会产生火花的化纤材料制成的服装，尤其不可当场穿脱。

第一部分 沉淀分离法

沉淀分离法是在试料溶液中加入沉淀剂，使某一成分或某一类组分以一定组成的固相形式析出，经过滤操作而与液相分离的方法。沉淀分离法原理简单，无需特殊的实验装置，是一种古老、经典的化学分离方法。虽然沉淀分离法须经过滤、沉淀洗涤等操作，繁琐费时；且某些组分沉淀不完全，沉淀剂对某些组分选择性差。但是随着科学的发展，各种过滤设备的出现加快了过滤速度；有机沉淀剂的使用，提高了选择性和分离效率，因而沉淀分离法仍然是实验室常用的一种分离方法。这部分共选编了 3 个实验。实验 1：沉淀与溶液的分离，主要是为了练习过滤操作，了解沉淀状态与沉淀条件的关系，学习检查沉淀完全与否的方法；实验 2：粗硫酸铜的提纯，主要是让学生学会利用沉淀分离法去除杂质；实验 3：中性盐沉淀法分离蛋清中的蛋白质，主要是让学生学会利用盐析法从蛋清中沉淀分离目标蛋白质的原理和操作。

实验 1 沉淀与溶液的分离

一、实验目的

- (1) 掌握倾析法、常压过滤、减压过滤和沉淀洗涤的正确操作；
- (2) 了解沉淀状态与沉淀条件的关系；
- (3) 学习检查和判断沉淀完全与否的方法。

二、实验原理

沉淀分为无定形沉淀 ($\text{Fe}(\text{OH})_3$ 等氢氧化物)、微晶形沉淀 ($\text{Mg}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$)、晶形沉淀 (BaSO_4) 和大晶形 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 沉淀。无定形与微晶形沉淀难成晶核，或晶体本身难长大而易形成胶体，会穿透滤纸，所以当采用沉淀分离法分离某一物质时，应抑制胶体的形成。晶形沉淀有序，晶核数量少，控制沉淀剂略过饱和，从而利于晶核的长大。大晶形沉淀形成和生长速度很快，易包裹母液，从而使纯度降低，所以要搅拌，以使晶体变小、减少包裹。制备沉淀时，希望沉淀颗粒粗大，易于过滤和洗涤。为使沉淀完全，沉淀剂应过量 10%~30%。

三、仪器与试剂

1. 仪器

托盘天平、研钵、烧杯、酒精灯、石棉网、木垫、洗瓶、玻璃棒、循环水式多用真空泵、抽滤装置、滤纸、点滴板(或表面皿)。

2. 试剂

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 NaHCO_3 、蒸馏水、 0.1mol/L BaCl_2 溶液、 $0.1\text{mol/L Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液、 6mol/L NaOH 溶液。

四、实验步骤

1. 碱式碳酸铜的制备及分离

称取 $5\text{g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和 4g NaHCO_3 于研钵中研碎混合均匀。在一烧杯中加入 100mL 蒸馏水，酒精灯加热至近沸，停止加热，分多次加入上述混合物，边加边搅拌。加热至近沸约 5min ，取下烧杯，在烧杯底部一侧放上木垫使烧杯倾斜静置，溶液澄清后倾析与洗涤，检测溶液中是否存在 SO_4^{2-} 离子，若无则减压抽滤与洗涤产品，回收产品。

2. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 胶状沉淀的生成、破坏与分离

往一烧杯中加入 $30\text{mL } 0.1\text{mol/L Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液，再往烧杯中快速加入 6mol/L NaOH 溶液，观察沉淀状态。加热至沸腾，调节溶液 pH 值约等于 5 ，充分煮沸搅拌约 10min ，观察沉淀状态有何变化。减压过滤，回收产品。

五、注意事项

(1) 加 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和 4.0g NaHCO_3 固体时不能太快，以防止爆沸。

(2) 加热生成沉淀的过程中，要不断搅拌，人不能离开，以防止溶液溅出。

◎ 思考题

1. 怎样判断实验效果？

2. 沉淀状态与沉淀条件有什么关系？如果需要得到胶体沉淀，应该怎样操作？如果需要得到晶形沉淀，又应该怎样操作？

◎ 附：SHZ-CD 型循环水式多用真空泵简介

一、基本结构

SHZ-CD 型循环水式真空泵(图 1-1)是大功率多头抽气的一种新型不锈钢循环水式多用真空泵,本机设计内外循环水,一机多用,可以五头同时抽气,具有不用油、无污染、功率大、噪音低、方便灵活、节水省电等优点。

(1)一机单表多管作业,设有五个抽气头,可单独或并联使用。

(2)外壳采用全不锈钢的防腐壳,噪音低,寿命长。

(3)主机泵体,叶轮分水器。常用于减压过滤、减压蒸馏、真空干燥等方面。



图 1-1 SHZ-CD 型循环水式多用真空泵

二、使用方法

使用前将使用的抽气头与一安全瓶相连,并使安全瓶活塞打开。然后由安全瓶连接到吸滤瓶(抽滤瓶)或其他反应体系。认真检查设备及管道的密闭性后,开启真空泵,关闭安全瓶活塞,由压力表读取体系真空度。抽气完毕后,先开启安全瓶活塞,然后使真空泵与反应体系分离,继续抽气 1~2 min 以排空内部腐蚀性气体,最后关闭真空泵电源。

三、注意事项

(1)若循环水式真空泵抽滤头使用时气密性不好，可以缠绕几圈密封圈，以确保密封性；

(2)若循环水式真空泵的水箱过脏，可拆卸下来用自来水冲洗，冲洗完毕后将箱体进水孔用橡皮管连接在水龙头上，然后再用橡皮管连接在溢水嘴上，使之连续循环进水，不致水位升高而影响真空度，不致有机溶剂长期在箱内滞留而腐蚀泵体。

(3)机器日常保持清洁，每次工作完毕后，仔细清理设备及操作平台。